

Лабораторна робота № 1

Пробопідготовка харчових продуктів для фотометричного визначення вмісту крохмалю

Методика полягає у вилученні крохмалю з матриці зразка та переведенні його в забарвлену сполуку з йодом [8]. Відтінок забарвленої сполуки крохмалю з йодом залежить від походження крохмалю: пшеничний, картопляний, рисовий чи кукурудзяний. При цьому колір забарвленої сполуки може змінюватися від синього до синьо-фіолетового та червоно-фіолетового. Крохмаль у продуктах харчування може бути як обов'язковим складником (наприклад, у кондитерських виробках), так і внесеним з метою фальсифікації (наприклад, у “м'ясних” виробках).

Мета роботи: опанувати методику вилучення крохмалю з матриці харчового продукту.

Завдання роботи:

- 1) одержати водну витяжку з аналізованого харчового продукту;
- 2) визначити вміст крохмалю в аналізованому зразку та порівняти одержаний результат із зазначеною виробником інформацією чи допустимими, згідно з ТУ, кількостями.

Апаратура і матеріали:

Фотоелектроколориметр КФК-2 МП з набором кювет.

Аналітичні ваги (третій клас).

Водяна баня.

Термометр з робочим діапазоном температур до 100 °С.

Центрифуга з центрифужними пробірками.

Мірні колби місткістю 1,00 л та 50,0 мл.

Мірні піпетки місткістю 10,0 мл.

Конічна колба місткістю 500 мл.

Порцелянова ступка з пестиком.

Стандартний розчин крохмалю, Т = 0,250 г/л.

Розчин йоду в калій йодиді, Т = 0,0500 мг/мл.

Фільтрувальний папір “червона стрічка”.

Річковий пісок.

Хід виконання роботи

Вибір світлофільтра. У мірну колбу місткістю 25,0–50,0 мл вносять 4,0 мл стандартного розчину крохмалю, додають 10,0 мл розчину йоду в калій йодиді та доводять до позначки дистильованою водою. В іншій мірній колбі готують розчин порівняння, який складається з 10,0 мл розчину йоду в калій йодиді та дистильованої води. Розчини вносять у кювету з $l = 10$ мм та вимірюють оптичну густину розчину за різних довжин хвиль. За результатами вимірювань встановлюють світлофільтр, за якого світлопоглинання сполуки йоду з крохмалем буде максимальним.

Побудова градуувального графіка. Готують серію розчинів з 6-ти мірних колб місткістю 50,0–100,0 мл, згідно з інформацією, наведеною в табл. 2.20.

Таблиця 2.20

Серія розчинів для побудови градуувального графіка фотометричного визначення крохмалю

Об'єм внесеного реактиву	Номер стандартного розчину					
	0	1	2	3	4	5
Розчин крохмалю, мл	0	2	4	6	8	10
Розчин I ₂ в KI, мл	10	10	10	10	10	10
Дистилят, мл	до позначки					

Оптичну густину приготованих розчинів вимірюють відносно холостого розчину, який не містить крохмаль. Товщину світлопоглинального шару підбирають так, щоб оптична густина розчину з найменшою концентрацією була $\geq 0,1$, а розчину з найбільшою концентрацією $\leq 0,8$. Результати фотометрування розчинів записують у табл. 2.21 і за ними будують градуувальний графік. Окрім того, за методом найменший квадратів розраховують рівняння графіка.

Таблиця 2.21

Результати фотометрування забарвлених розчинів (для $V_{\Sigma} = 100,0$ мл)

№ розчину	1	2	3	4	5	6
Концентрація крохмалю, мкг/мл	5,0	10,0	15,0	20,0	25,0	X
Оптична густина розчину						

Методика пробопідготовки кондитерського виробу.

Відбирають пробу кондитерського виробу (зефір, молочна помадка, пастила) масою 3–5 г з точністю $\pm 0,001$ г. Наважку переносять у порцелянову ступку, додають 20 мл дистильованої води і розтирають до однорідного стану. Після цього гомогенізовану пробу кількісно переносять у мірну колбу місткістю 100,0 мл. Мірну колбу поміщають у водяну баню та кип'ятять протягом 2 хв. Після цього колбу охолоджують до кімнатної температури (під проточною водою чи у посудині з холодною водою), доводять до позначки дистиллятом і старанно перемішують розчин. Відбирають 25 мл приготованого розчину в центрифужну пробірку та проводять центрифугування протягом 5 хв. Мірною піпеткою відбирають 10,0 мл центрифугату та переносять у пробірку місткістю 25–50 мл, додають 10,0 мл розчину йоду в калій йодиді, перемішують вміст пробірки та вимірюють оптичну густину аналізованого розчину. За рівнянням градуального графіка встановлюють концентрацію крохмалю в аналізованому розчині. За результатами розрахунків визначають процентний вміст крохмалю в аналізованому зразку.

! Аналогічно проводять пробопідготовку м'ясних виробів: сосисок, сардельок, вареної ковбаси.

Методика пробопідготовки борошна та зерна. Відбирають пробу зразка масою 0,5-1 г, яку зважують з точністю $\pm 0,001$ г. Наважку ретельно перемелюють у порцеляновій ступці з 10 г промитого річкового піску і 20 мл дистилляту. Пробу кількісно переносять у конічну колбу, додають 500 мл теплої дистильованої води і нагрівають на водяній бані до кипіння, після чого розчин кип'ятять упродовж 2 хв. Далі конічну колбу охолоджують до кімнатної температури під проточною водою, кількісно переносять у мірну колбу на 1,00 л, доводять до позначки дистиллятом та ретельно перемішують. У центрифужну пробірку відбирають 25 мл приготованого розчину та центрифугують протягом 5 хв. Відбирають мірною піпеткою 10,0 мл центрифугату і переносять у пробірку місткістю 25–50 мл, до якої додають 10,0 мл розчину йоду та перемішують вміст пробірки. Вимірювання оптичної густини та

розрахунок концентрації крохмалю в аналізованому розчині проводять аналогічно як під час аналізу кондитерського виробу. За результатами аналізу визначають процентний вміст крохмалю в аналізованому зразку.

Запитання до захисту лабораторної роботи

1. Чи можна під час фотометричного визначення крохмалю замінити операцію центрифугування простим фільтруванням? Відповідь аргументуйте.
2. Попередня підготовка проб. Способи зберігання, консервування та транспортування проб.
3. Методи подрібнення та гомогенізації проб. Очищення та фракціонування проб, їхнє основне завдання.
4. Основні поняття пробовідбору. Види проб (генеральна, представницька, точкова, лабораторна, зональна проби) та вимоги до них.
5. Класифікація способів пробовідбору: кваліфікований (довільний), звичайний випадковий, стратифікований (пошаровий), систематичний, змішаний і поперечний пробовідбір.
6. Статистика пробовідбору. Мінімальний відбір проби. Чинники, що впливають на вибір методу та правильність пробовідбору.
7. Способи переведення неорганічних речовин у розчин: розчинення внаслідок комплексоутворення, застосування іонітів, розчинення в кислотах і основах.
8. Способи переведення в розчин органічних речовин: підбір органічного чи неорганічного розчинника.
9. Пробу стічної води об'ємом A мл, що містила зависі та поверхнево-активні речовини, відфільтрували через нещільний фільтр ($d = B$ см). Після цього пробу випарили в середовищі 1 M HNO_3 до B мл. Для визначення вмісту Pb(II) у воді в дві мірні колби на Γ мл внесли по D мл кінцевого розчину. Після цього одну з колб довели до позначки дистилятом, а в іншу додали E мл $\epsilon\text{ M}$ розчину $\text{Pb(NO}_3)_2$ та довели до позначки дистилятом. Аналітичні сигнали розчинів у полум'ї пропан-бутан – повітря дорівнювали J та 3 у.о. Визначте вміст свинцю у воді (мкг/мл) та відсоток його втрат під час фільтрування, якщо у золі фільтра знайдено Γ мкг Pb , а регламентований вміст свинцю у фільтрувальному папері становить K мкг/см².

№ з/п	A,	B,	B,	Г,	Д,	Е,	Є×10 ⁵ ,	Ж,	З,	І,	К,	Відповідь	
	мл	см	мл	мл	мл	мл	М	у.о.	у.о.	мкг	мкг/см ²	мкг/мл	%
1.	200	10	40	25,0	20,0	5,0	5,4	11,8	17,7	26,9	0,2	1,17	4,8
2.	200	10	20	25,0	10,0	10,0	2,7	12,3	18,5	21,8	0,1	1,18	5,9
3.	500	12	90	50,0	45,0	5,0	4,2	10,7	16,5	19,7	0,15	0,33	1,7
4.	500	10	40	50,0	20,0	3,0	6,1	9,8	21,1	23,5	0,1	0,16	19,2
5.	250	7	20	25,0	10,0	1,0	7,5	6,5	14,2	15,2	0,05	0,16	33,6
6.	250	10	10	25,0	5,0	5,0	4,7	11,7	23,6	24,7	0,15	0,43	11,9
7.	100	7	10	10,0	5,0	5,0	4,4	10,9	20,8	16,3	0,04	1,15	12,8
8.	100	5	20	10,0	10,0	10,0	1,9	12,4	20,1	12,5	0,2	1,35	6,3
9.	400	12	40	25,0	20,0	2,0	4,8	8,6	17	19,7	0,15	0,11	6,3
10.	400	10	20	25,0	10,0	10,0	2,2	22,2	45,2	17,3	0,1	0,24	9,7

Чи правильно обрана щільність фільтра? Чи можливо застосувати альтернативний фільтруванню процес усунення матричного впливу, наприклад, відстоювання? Чи доцільно було б спочатку випарити розчин, а потім його фільтрувати? Чи доречно промивати фільтр розчином комплексоутворювального реагенту? Відповіді аргументуйте.

10. Для визначення вмісту силікатної кислоти пробу глини масою 0,8793 г після сплавлення перевели в розчин. Після цього розчин випарили, а утворену силікатну кислоту відфільтрували і прожарили у платиновому тиглі. Маса тигля з осадом при цьому дорівнювала 7,7820 г. Для одержання більш точних результатів отриманий осад обробили фторидною кислотою і знову прожарили, при цьому маса тигля зменшилась до 7,0930 г. Розрахуйте процентний вміст SiO₂ в аналізованому зразку в перерахунку на суху пробу, якщо розрахований вміст аналітичної вологи становить 2,36 %. Відповідь: 80,26 %.